

## PURIFICATION OF SILANE COMPOUND

Publication number: JP9077779

Publication date: 1997-03-25

Inventor: ASAI YOSUKE; OGAWA NOBUO

Applicant: KANEKA FUCHI CHEMICAL IND

Classification:

- International: C07F7/18; C07F7/20; C07F7/00; (IPC1-7): C07F7/18;  
C07F7/20

- European:

Application number: JP19950255825 19950908

Priority number(s): JP19950255825 19950908

[Report a data error here](#)

### Abstract of JP9077779

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To efficiently accomplish purification to highly pure dimethoxymethylsilane which is suitable as a raw material for silicones and has excellent storage stability by distilling a mixture that contains dimethoxymethylsilane and methanol together with a specific extractant, and distilling off the methanol. **SOLUTION:** This purification method purifies dimethoxymethylsilane from a mixture that contains dimethoxymethylsilane (A1) and methanol (A2) by distilling the mixture in the presence of methyl formate (B) as an extractant to distill off A2, and, where necessary, further distilling the residue containing A1 and B to distill off the component B. Preferably, the distilled-off component B or component B separated from the methanol which contains the distilled-off component B is recycled to the component A, and component B is added 30% or more to the component A.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-77779

(43) 公開日 平成9年(1997)3月25日

(51) Int.Cl.<sup>8</sup>  
C 0 7 F 7/18  
7/20

識別記号

序内整理番号

F I

C 0 7 F 7/18  
7/20

技術表示箇所

B

審査請求 未請求 請求項の数5 FD (全3頁)

(21) 出願番号

特願平7-255825

(71) 出願人

000000941

鶴源化学工業株式会社

大阪府大阪市北区中之島3丁目2番4号

(72) 発明者

浅井 祥介

兵庫県神戸市垂水区塩屋町6-31-17

(72) 発明者

小川 信雄

兵庫県明石市大久保町高丘2-16-2

(74) 代理人

弁理士 畑田 和生

(54) 【発明の名称】 シラン化合物の精製方法

(57) 【要約】

【課題】 この出願発明は、分離の困難なジメトキシメチルシランとメタノールを、ギ酸メチルの存在下に蒸留し、ジメトキシメチルシランを精製して、メタノール濃度の低いジメトキシメチルシランを提供することを課題とする。

【解決手段】 この出願発明は、ジメトキシメチルシランとメタノールを含有する混合液を、ギ酸メチルの存在下に蒸留し、メタノールを留去するジメトキシメチルシランの精製方法に関する。

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-77779

(43) 公開日 平成9年(1997)3月25日

(51) Int.Cl.<sup>4</sup>  
C 0 7 F 7/18  
7/20

識別記号

序内整理番号

F I

C 0 7 F 7/18  
7/20

技術表示箇所

B

審査請求 未請求 請求項の数5 FD (全3頁)

(21) 出願番号 特願平7-255825

(22) 出願日 平成7年(1995)9月8日

(71) 出願人 00000941

鐘源化学工業株式会社

大阪府大阪市北区中之島3丁目2番4号

(72) 発明者 浅井 洋介

兵庫県神戸市垂水区塩屋町6-31-17

(72) 発明者 小川 信雄

兵庫県明石市大久保町高丘2-16-2

(74) 代理人 弁理士 鹿田 和生

(54) 【発明の名称】 シラン化合物の精製方法

(57) 【要約】

【課題】 この出願発明は、分離の困難なジメトキシメチルシランとメタノールを、ギ酸メチルの存在下に蒸留し、ジメトキシメチルシランを精製して、メタノール濃度の低いジメトキシメチルシランを提供することを課題とする。

【解決手段】 この出願発明は、ジメトキシメチルシランとメタノールを含有する混合液を、ギ酸メチルの存在下に蒸留し、メタノールを留去するジメトキシメチルシランの精製方法に関する。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 ジメトキシメチルシランとメタノールを含有する混合液を、ギ酸メチルの存在下に蒸留し、メタノールを留去することを特徴とするジメトキシメチルシランの精製方法。

【請求項2】 メタノールを留去後に、残留するジメトキシメチルシランとギ酸メチルを蒸留し、ギ酸メチルを留去することを特徴とする請求項1に記載のジメトキシメチルシランの精製方法。

【請求項3】 留去したギ酸メチルをジメトキシメチルシランとメタノールの混合液にリサイクルすることを特徴とする請求項1または請求項2に記載のジメトキシメチルシランの精製方法。

【請求項4】 留去したギ酸メチルを含むメタノールからギ酸メチルを分離し、分離したギ酸メチルをジメトキシメチルシランとメタノールの混合液にリサイクルすることを特徴とする請求項1～3のいずれかに記載のジメトキシメチルシランの精製方法。

【請求項5】 ジメトキシメチルシランとメタノールの混合液がギ酸メチルを30%以上有することを特徴とする請求項1～4のいずれかに記載のジメトキシメチルシランの精製方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 この出願発明は、シリコーン工業における重要な中間体の1つであるジメトキシメチルシランの精製方法に関するものであり、さらに詳しくはジメトキシメチルシランを高純度、高収率に精製する方法である。

## 【0002】

【従来の技術】 ジメトキシメチルシランはシリコーン工業における重要な中間体の1つである。ジメトキシメチルシランは、原料としてメタノールを用いて製造される場合が多い。また、ジメトキシメチルシランは分解するとメタノールを生じる。従ってジメトキシメチルシランはメタノールと共存することが多い。メタノールは、ジメトキシメチルシランのS-IH基との反応性が高いため、貯蔵安定性が低下する原因となる。また、反応中間体としての反応性に悪影響を与える。従って、ジメトキシメチルシランとメタノールの混合液中からメタノールを分離することが重要となるが、ジメトキシメチルシランとメタノールの沸点差は3～4°Cしかないと、両者を蒸留法によって分離することが困難である。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】 この出願発明者は、ジメトキシメチルシランとメタノールの気液平衡関係を測定し、ジメトキシメチルシラン：メタノール=6:4の割合で共沸混合物（沸点約50°C）を形成することを見いたした。さらに、特にジメトキシメチルシラン高濃度域での対角線からの開きが小さいという結果か

ら、図1に示すように、ジメトキシメチルシランとメタノールの分離性が非常に悪いことを見いたした。このような場合には、ジメトキシメチルシラン、メタノール混合液は蒸留分離できず、ジメトキシメチルシラン中のメタノール濃度は低下されずに留出する。この出願発明が解決しようとする課題は、このように分離の困難なジメトキシメチルシランとメタノールを、ギ酸メチルの存在下に蒸留し、ジメトキシメチルシランを精製して、メタノール濃度の低いジメトキシメチルシランを製造する方法を提供することである。

## 【0004】

【課題を解決するための手段】 この出願発明者は、ジメトキシメチルシランとメタノールの気液平衡関係を変化させる数々の化合物を検討した。その結果、ギ酸メチルがジメトキシメチルシラン、メタノール2成分系に対して抽出剤として作用することを見いたし、この出願発明を完成了した。すなわち、この出願発明は、ジメトキシメチルシランとメタノールを含有する混合液から、ギ酸メチルを抽出剤としてジメトキシメチルシランとメタノールを抽出蒸留法で分離することによる、ジメトキシメチルシランの精製方法に関する。

## 【0005】

【発明の実施の形態】 ギ酸メチルの存在下による蒸留分離の効果を図2で説明する。ギ酸メチルの存在下におけるジメトキシメチルシランとメタノールの気液平衡関係を図示すると、気液平衡曲線が液相側にシフトする。従って、ギ酸メチルを抽出剤としてジメトキシメチルシランとメタノールを蒸留分離することができる。ギ酸メチルは、20%以上が好ましく、30%以上が特に好ましい。特に、ギ酸メチルが液相に30%以上の割合で混入している場合には、ジメトキシメチルシランとメタノールは共沸しないことがわかった。

【0006】 さらにこの出願発明者は、ギ酸メチルとジメトキシメチルシランの気液平衡関係を測定し、ギ酸メチルとジメトキシメチルシランが共沸混合物を形成せず、また分離性が良いことを見いたした。つまり、抽出剤として添加されたギ酸メチルとジメトキシメチルシランを分離して、製品であるジメトキシメチルシランと抽出剤であるギ酸メチルをそれぞれ高純度で回収できる。

【0007】 また、ギ酸メチルとメタノールは、沸点差が3.3°Cであり共沸混合物を形成せず、比較的に分離性がよい。つまり、ギ酸メチルとメタノールも良好に蒸留分離できるため、抽出剤であるギ酸メチルを高純度で回収できる。

【0008】 ギ酸メチルの存在下におけるジメトキシメチルシランとメタノールの抽出蒸留法を図3により説明する。蒸留プロセスは基本的に2本の蒸留塔1、2より構成される。抽出蒸留塔において、ギ酸メチルの存在下で蒸留することにより、ギ酸メチルを含むメタノールが留去し、ジメトキシメチルシランとメタノールが分離さ

れる。ギ酸メチルを含んだジメトキシメチルシランは抽出蒸留塔底部より回収され、抽出剤回収塔ではギ酸メチルとジメトキシメチルシランの分離が行われ、ギ酸メチルを留去することにより塔底部からジメトキシメチルシランが得られる。また、塔頂から回収されるギ酸メチルは、抽出蒸留塔へリサイクルされる。ギ酸メチルは沸点が31°Cであるので、回収されたギ酸メチルは原料フィード段よりもボトム側にフィードして、塔内のギ酸メチル濃度を維持する必要がある。蒸留塔でギ酸メチルがメタノールと共に塔頂から大量に留出する場合には、さらに回収塔を設けてメタノールとギ酸メチルの分離を行い、回収されたギ酸メチルを抽出蒸留塔へリサイクルすることが好ましい。蒸留装置をスタートアップする際は、ギ酸メチルを抽出蒸留塔底部よりフィードする。装置が定常状態になったところで、このギ酸メチルのフィードを止め、抽出剤回収塔より回収されたギ酸メチルをリサイクルすれば、ギ酸メチルを新たにフィードする必要がない。

【0009】なお、シロキサンもしくはポリシロキサン

を原料とするジメトキシメチルシラン合成反応（特開平6-248300）では、ギ酸メチルが副生物として生成する。この場合には、ギ酸メチルを新たに添加する必要はない。

#### 【0010】

【発明の効果】 この出願発明により、ジメトキシメチルシランからメタノールを効率よく蒸留分離して、高純度のジメトキシメチルシランを容易に精製することができる。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】 ジメトキシメチルシランとメタノールの気液平衡図

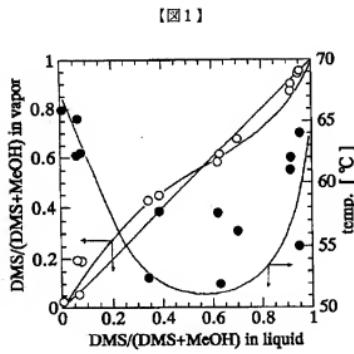
【図2】 ギ酸メチルの存在下でのジメトキシメチルシランとメタノールの気液平衡図

【図3】 蒸留分離のフローチャート

#### 【符号の説明】

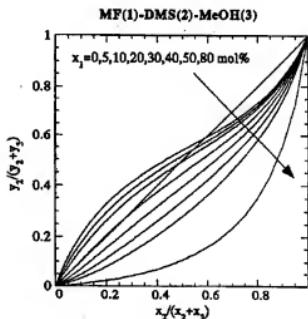
1 蒸留塔

2 蒸留塔



【図1】

【図2】



【図3】

